

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類 C09J 9/00, 201/00, 4/00, G11B 7/24, 7/26</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/61542</p> <p>(43) 国際公開日 1999年12月2日(02.12.99)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/02757</p> <p>(22) 国際出願日 1999年5月26日(26.05.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/147400 1998年5月28日(28.05.98) JP 特願平10/147401 1998年5月28日(28.05.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 大日本インキ化学工業株式会社 (DAINIPPON INK AND CHEMICALS, INC.)[JP/JP] 〒174-8520 東京都板橋区坂下3丁目35番58号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 村上和夫(MURAKAMI, Kazuo)[JP/JP] 〒350-1108 埼玉県川越市伊勢原町5-5-8-407 Saitama, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 志賀正武, 外(SHIGA, Masatake et al.) 〒169-8925 東京都新宿区高田馬場三丁目23番3号 ORビル Tokyo, (JP)</p>		<p>(81) 指定国 CA, JP, SG, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
<p>(54)Title: ULTRAVIOLET-CURING COMPOSITION, OPTICAL DISK, AND METHOD OF PRODUCING OPTICAL DISK</p> <p>(54)発明の名称 紫外線硬化型組成物、光ディスク及び光ディスクの製造方法</p> <p>(57) Abstract An ultraviolet-curing composition which is used as an adhesive to join two disks having thin films of different materials and information recording layers into a digital video disk durable even in a high-temperature high-humidity environment and highly reliable and which is so prepared that the conductivity of the cured coating film dipping liquid is 100 <math>\mu</math>S/cm or less.</p>		

## (57)要約

高温高湿環境下の耐久性に優れる信頼性の高いデジタルビデオディスクを得るために、異種材質の薄膜が形成された、情報記録層を有する2枚のディスクを貼り合わせる際に使用する接着剤として、硬化塗膜浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となるように調製した紫外線硬化型組成物を提供する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサウ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	HR	クロアチア	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HU	ハンガリー		共和国	TR	トルコ
CC	中央アフリカ	IE	アイルランド	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IL	イスラエル	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CI	コートジボワール	IN	インド	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IS	アイスランド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IT	イタリア	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	JP	日本	NL	オランダ	YC	ユーゴスラビア
CU	キューバ		ケニア	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス		キルギスタン	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェッコ	KE		PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

## 明 細 書

## 紫外線硬化型組成物、光ディスク及び光ディスクの製造方法

5

## 技 術 分 野

本発明は、少なくとも1枚のディスクに情報記録層を有する2枚のディスクを貼り合わせる際に使用する接着剤に関し、更に詳しくは接着剤として使用する紫外線硬化型組成物に関する。

10

なお、本出願は、日本国特許出願平成10年第147000号および日本国特許出願平成10年第147001号を基礎としており、その内容をここに組み込むものとする。

## 背 景 技 術

15

従来からよく知られている貼り合わせ構造を有する光ディスクとしては、例えば情報の記録再生が可能な光磁気ディスクがある。光磁気ディスクは、ポリカーボネート等の透明基板上に、例えばTbFeCo合金等より成る情報記録材料及びこの両側に窒化珪素等から成る保護層を設けたものを積層し、さらに最外層に情報読み取りのためのレーザー光の反射膜として、アルミニウムを主成分とした薄膜を形成して情報記録層とし、必要に応じこのアルミニウムを主成分とする薄膜上に紫外線硬化型樹脂からなる保護膜をさらに形成したものを、そのまま単板で使用する場合と、この単板を情報記録層同士が対向するよう接着剤を介して貼

20

25

り合わせて使用する場合がある。

接着剤としてはホットメルト型接着剤や紫外線硬化型組成物からなる

接着剤が使用される。

この様に、2枚の基板がともに情報記録層を有する従来型の貼り合わせ構造を有する光ディスクでは、アルミニウムを主成分とする「同種金属の薄膜」が接着剤を介して対向した構造をとっており、特許公報第2  
5 5 3 1 7 1号、同第2 5 5 5 1 7 8号には該光ディスクに適した紫外線硬化型接着剤の技術が開示されている。

貼り合わせ構造を有する新しいタイプの光ディスクであるデジタルビデオディスクまたはデジタルバーサタイルディスク（DVD）は、少なくとも1枚のディスクに情報記録層を有する2枚のディスクを貼り合わせる方法で作製され、紫外線硬化型組成物を接着剤として使用することが検討されている。

再生専用型DVDの場合、貼り合わせる2枚の基板として、共にポリカーボネート基板の片面に記録情報に対応するピットと称する凹凸を設け、更に情報読み取りのためのレーザー光の反射膜として、例えばアルミニウムの層を形成し情報記録層としたもの（DVD-10）、このうち1枚には金や窒化珪素等の半透明膜を形成し情報記録層としたもの（DVD-9）、あるいは1枚には情報記録層を持たない透明なポリカーボネート基板を使用したもの（DVD-5）、さらには1枚の基板にアルミニウム等の層と金や窒化珪素等の半透明膜からなる情報記録層を2層有するものを、2枚貼合わせた構造を有するもの（DVD-17）等があり、用途により適宜使い分けられる。

このうちDVD-9の場合は、接着剤を介してアルミニウムと金あるいは窒化珪素等の「異種材質の薄膜」が対向した構造となっており、前記特許公報第2 5 5 3 1 7 1号、同第2 5 5 5 1 7 8号に記載されているような紫外線硬化型組成物を接着剤として用いた場合、ディスクの耐久性が不十分でありさらに半透明膜の金や窒化珪素に対しては極めて接

着力が弱いため、該特許記載の組成物はDVD-9用の接着剤としては実用性に乏しいのが実態であった。

DVD-9用の半透明膜として金を用いた場合、接着剤を介して「異種金属」が対向した構造となる。

- 5 水溶液に浸した種々の金属はそれぞれ固有の電位を有しており、電位の異なる金属が接触あるいは電氣的につながると電池が形成され、電位の低い金属が腐食されることはよく知られており、例えば「電気化学法（講談社発行）」に詳細が記載されている。

- また水溶液中での各種化合物の標準電極電位は、例えば電気化学便覧  
10 （電気化学協会編、丸善株式会社発行）に詳細に記されており、アルミニウムの電極反応が $Al^{3+}/Al$ の時  $-1.68V$ 、金の電極反応が $Au^{3+}/Au$ の時  $+1.50V$ である。

- 従って、例えばアルミニウムと金の薄膜を有するDVD-9タイプの貼り合わせディスクを高温高湿環境下においた場合、これらの金属薄膜  
15 が電氣的につながると電位の低いアルミニウムの腐食が促進される。これは、異種金属の薄膜を有するDVD-9特有の現象であり、アルミニウムを主成分とする同種金属の薄膜を有するディスクを対象としていた従来技術による光ディスク用接着剤では、このような電気化学的な腐食メカニズムまで考慮した設計となっていなかったため、そのままDVD-9用に用いても耐久性が不十分であるという  
20 欠点があった。

- すなわち本発明において解決しようとする課題は、窒化珪素等の無機化合物からなる半透明膜だけではなく、金のような金属の半透明膜を用いた場合に発現する特有の腐食現象を抑える設計をすることにより、優れたDVD-9耐久性を有する紫外線硬化型組成物を提供するとともに、  
25 DVD-5、DVD-10、DVD-17を含む全てのフォーマットに

好適に使用できる、光ディスク用接着剤として使用する紫外線硬化型組成物を提供することにある。

## 発 明 の 開 示

5

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を浸漬した純水の比電導度が特定の値以下になると、貼り合わせディスクの耐久性が向上し、特に異種金属の薄膜を有するDVD-9においてその効果が顕著であることを見だし本発明に至った。

10

すなわち本発明は、情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板を貼り合わせる際に用いる、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む光ディスク用紫外線硬化型組成物であって、硬化塗膜浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となる様にしたことを

15

## 発明を実施するための最良の形態

本発明における光ディスクにおいて、硬化した接着剤に相当する硬化塗膜浸漬水の比電導度は、次の通り定義される。

20

まず、剥離した硬化塗膜の約1gを小数点以下4桁目まで正確に秤量する。

次いで、250ml茶褐色ポリビンに純水100gを入れさらに上で秤量した硬化塗膜を入れる。尚、純水は初期 $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ に調整したものを使用する。

25

さらに、この試料の入ったポリビンを80℃のオープンに入れ、96



時間後に取り出し  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  にて硬化塗膜浸漬水の比電導度 (A) を測定する。

尚、比電導度 = 比電導度 (A) / 硬化塗膜重量 で算出する。

比電導度は、東亜電波工業 (株) 製電導度計 CM-50AT を用い測定する。

市販されている光ディスクの場合は、上記に従って比電導度を求めることができるし、貼り合わせるのに用いる前の紫外線硬化型組成物 (接着剤) が入手が可能な場合には、例えば、本発明における硬化塗膜浸漬水の比電導度は以下の手順で測定することもできる。

10

(1) ガラス板上に膜厚が約  $100\ \mu\text{m}$  になるよう紫外線硬化型組成物を塗布する。このガラス板は比電導度の測定に影響のないものを用いる。

(2) 紫外線照射方式として連続光照射で行う場合、窒素雰囲気下、UV  
15 ランプとしてアイグラフィックス株式会社製 MO3-L31 (120 W/cm メタルハライドランプ、コールドミラー付き) を用い、ランプ高さ  $10\ \text{cm}$  にて  $500\ \text{mJ/cm}^2$  照射し (紫外線光量計: アイグラフィックス社製 JVPF-36) 硬化塗膜を作製する。

20 (3) 紫外線照射方式として閃光照射で行う場合、窒素雰囲気下、ランプ4本を備えた閃光照射装置を用い、ランプ1本の1ショットあたりの入力エネルギーが  $200\ \text{J}$  となるように調整し、周波数  $2\ \text{Hz}$  で10ショット紫外線を照射して硬化塗膜を作製する。

ここで用いるランプは、次の様なものとし、上記入力エネルギーに対して、  
25 実際のランプからの出力エネルギー等は次の通りとする。スペクトロラジオメーター (ウシオ電機株式会社製 USR-20A) を用いて

ランプの閃光照射光の発光スペクトルを測定し、 $300\text{ nm} \sim 390\text{ nm}$ にわたって積分することにより紫外線強度及び照射量を求め、1ショットあたりの紫外線強度は $19\text{ W/cm}^2$ 、紫外線照射量は $12\text{ mJ/cm}^2$ となる様にする。

5

(4) ガラス板より剥離した硬化塗膜を $1 \sim 2\text{ cm}$ 角程度の小片にし、約 $1\text{ g}$ を小数点以下4桁目まで正確に秤量する。

10 (5)  $250\text{ ml}$ 茶褐色ポリビンに純水 $100\text{ g}$ を入れさらに(4)で秤量した硬化塗膜を入れる。尚、純水は初期 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ にて調整したものを使用した。

(6) 試料の入ったポリビンを $80^\circ\text{C}$ のオーブンに入れ、96時間後に取り出し $25 \pm 1^\circ\text{C}$ にて硬化塗膜浸漬水の比電導度(A)を測定した。

15

(7) 本発明における比電導度 $=$ 比電導度(A)/硬化塗膜重量 で算出した

20 (8) 比電導度は、東亜電波工業(株)製電導度計CM-50ATを用い測定した

硬化塗膜浸漬水の比電導度は、硬化塗膜から溶出してくる水溶性電解質成分の量に依存する。従って、組成物を調製するにあたっては、単官能(メタ)アクリレートや多官能(メタ)アクリレート等の重合性モノマー、あるいはポリエステルアクリレート、ポリエーテルアクリレート、エホキシアクリレート、ウレタンアクリレート等の重合性オリゴマー中

25

に残存している（メタ）アクリル酸に代表されるカルボン酸や反応触媒、あるいは熱重合禁止剤、酸化防止剤等として添加されている各種添加剤等で水溶性電解質成分となり得る成分がゼロ（皆無）であるか、極力少ないものを選定するのが好ましい。

- 5      さらに、紫外線照射により生成する光重合開始剤分解物や該分解物から派生する副反応生成物等もまた電解質成分と成り得るので、これら成分が少なくなるように光重合開始剤を選定するのが好ましい。

本発明の組成物を調製するのに用いる原料は、必要に応じて精製して用いる

- 10      下記した様なアクリレートは、その合成に際して下記触媒や重合防止のための添加剤が用いられることが多く、これらは本発明における比電導度を上昇させる水溶性電解質として作用するので、極力水溶性電界質の含有量が少ないものを用いる様にする。

- 15      例えば、アクリル酸とアルコールあるいはアルキレングリコールを直接反応させて、ホリアルキレングリコールポリアクリレートを合成する場合には、例えば硫酸や濃硫酸、リン酸等が用いられるので、市販品には、これらが比較的多量に含まれている場合がある。

- 20      エステル交換によりポリアルキレングリコールポリアクリレートを合成する場合には、例えばパラトルエンスルホン酸や塩酸、強酸性陽イオン交換樹脂等が用いられるので、市販品には、これらが比較的多量に含まれている場合がある。

市販の重合性モノマーや重合性オリゴマーには、重合禁止剤として使用するヒドロキシルアミン、フェニレンジアミンなども、比較的多量に含まれている場合がある。

- 25      例えばアクリル酸に酸化アルキレン（エチレンオキシドやプロピレンオキシド）を反応させてβ-ヒドロキシエステルを合成する場合

には、例えば塩化第二鉄のような鉄化合物、無水クロム酸のようなクロム化合物、炭酸ナトリウムのようなアルカリ金属化合物、3級アミン、4級アンモニウム塩、4級ピリジニウム塩などが用いられるので、市販品にはこれらが比較的多量に含まれている場合がある。

- 5       また、アルキルアミノアクリレートをアクリル酸メチルとアルキルアミノアルコールのエステル交換で合成する場合には、例えばナトリウムメチラート、ジ-*n*-ブチルすず酸化物等、あるいはアニオン性の重合を抑制するために用いるパラヒドロキシジフェニルアミンやフェノチアジン、ジエチルヒドロキシアミン等が用いられるので、市販品にはこれ  
10       らが比較的多量に含まれている場合がある。

- また、アルコールと $\epsilon$ -カプロラク톤の付加物をアクリレートを合成する際の原料に用いる場合、 $\epsilon$ -カプロラク톤の付加反応の際に使用した触媒がそのまま不純物として含まれる場合が多い。この際、市販品の前記付加物に含まれる触媒としては例えばテトライソプロピルチタネート、テトラブチルチタネート等の有機チタン化合物、テトラフェニル  
15       すず、テトラオクチルすず、ジラウリルすずオキサイド、ジ-*n*-ブチルすずジクロリド等のすず化合物が挙げられる。

      さらにモノマー中には反応副生成物あるいは未反応成分に由来する不純物も存在する場合が多い。

- 20       さらに、アクリル酸を使用した場合の重合性モノマーや重合性オリゴマーには未反応のアクリル酸やアクリル酸の重合物が含まれる場合が多いし、ベンゼン環を有するアクリレートの代表であるベンジルアクリレートは、例えばアクリル酸ソーダとベンジルクロリドを用いて製造した市販品には塩化ナトリウムが含まれる場合が多いし、アクリル酸とエチ  
25       レンオキサイドを反応させた場合には生成するエチレングリコールが含まれる場合が多いし、これを分離するために塩析を行った場合には塩化

アンモニウム等が含まれる場合が多い。

本発明の組成物を調製するに当たっては、組成物を構成する重合性オリゴマーや重合性モノマーの個々に含まれる水溶性電解質成分が出来るだけ少なくものを用いる様にする。

- 5 本発明は最終的に硬化塗膜浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下となるよう組成物を調整することに最大の特徴がある。こうすることにより、高温高湿環境下でも前述したような異種金属の接触腐食を抑制でき、DVD-9の耐久性が格段に向上する。

- 硬化塗膜浸漬水の比電導度は  $100 \mu S/cm$  以下であれば良いが、  
10 より接触腐食を十分に抑制できる点で、 $50 \mu S/cm$  以下とするのが好ましい。即ち、硬化塗膜浸漬水の比電導度は  $0 \sim 100 \mu S/cm$  であれば良いが、より接触腐食を十分に抑制できる点で、 $0 \sim 50 \mu S/cm$  とするのが好ましい。

- 本発明の紫外線硬化型組成物を調製するに際しては、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤が必須成分として用いられる。紫外線硬化性化合物  
15 としては、単官能（メタ）アクリレートや多官能（メタ）アクリレートを重合性モノマー成分として用いることが出来る。これらは各々、単独又は2種以上併用して使用することができる。尚、本発明では、アクリレートとメタアクリレートとを併せて（メタ）アクリレートと称し、同  
20 様に、アクリル酸とメタアクリル酸とを併せて（メタ）アクリル酸と称する。

- 本発明では、必要とされる硬化塗膜物性を考慮して、以下の重合性モノマーや重合性オリゴマーから、必要なものを選択して組み合わせて本発明の組成物を調製する。組成物の調製に用いる選択した全ての重合性  
25 モノマーや重合性オリゴマーのいずれもが個々で上記比電導度範囲にあれば申し分ないが、組成物全体として上記比電導度範囲となる様に組成

を調節する。

本発明に使用できる重合性モノマーとしては例えば以下のものが挙げられる。

- 単官能（メタ）アクリレートとしては例えば、置換基としてメチル、  
5 エチル、フロヒル、ブチル、アミル、2-エチルヘキシル、オクチル、  
ノニル、ドデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、シクロヘキシル、ベン  
ジル、メトキシエチル、ブトキシエチル、フェノキシエチル、ノニル  
フェノキシエチル、テトラヒドロフルフリル、グリシジル、2-ヒドロ  
キシエチル、2-ヒドロキシフロピル、3-クロロ-2-ヒドロキシフ  
10 ロピル、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチル、ノニルフェノ  
キシエチルテトラヒドロフルフリル、カプロラクトン変性テトラヒドロ  
フルフリル、イソボルニル、ジシクロペンタニル、ジシクロペンテニル、  
ジシクロペンテニロキシエチル等の如き基を有する（メタ）アクリレー  
ト等が挙げられる。
- 15 又、多官能（メタ）アクリレートとしては例えば、1, 3-ブチレン  
グリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、3-  
メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、ネ  
オヘンチルグリコール、1, 8-オクタンジオール、1, 9-ノナンジ  
オール、トリシクロデカンジメタノール、エチレングリコール、ホリエ  
20 チレングリコール、プロピレングリコール、トリプロピレングリコール、  
ポリフロピレングリコール等のジアクリレート、トリス（2-ヒドロキ  
シエチル）イソシアヌレート、ジ（メタ）アクリレート、ネオヘンチ  
ルグリコール 1 モルに 4 モル以上のエチレンオキサイド若しくはフロピ  
レンオキサイドを付加して得たジオールのジ（メタ）アクリレート、ビ  
25 スフェノール A 1 モルに 2 モルのエチレンオキサイド若しくはフロピレ  
ンオキサイドを付加して得たジオールのジ（メタ）アクリレート、トリ

メチロールプロパン 1 モルに 3 モル以上のエチレンオキサイド若しくは  
プロピレンオキサイドを付加して得たトリオール（ジ又はトリ（メタ）  
アクリレート、ビスフェノール A 1 モルに 4 モル以上のエチレンオキサ  
イド若しくはプロピレンオキサイドを付加して得たジオールのジ（メ  
5 タ）アクリレート、トリス（2-ヒドロキシエチル）イソシアヌレート  
トリ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）ア  
クリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペン  
タエリスリトールのポリ（メタ）アクリレート、カプロラクトン変性トリ  
ス〔（メタ）アクリロキシエチル〕イソシアヌレート、アルキル変性ジ  
10 ペンタエリスリトールのポリ（メタ）アクリレート、カプロラクトン変  
性ジペンタエリスリトールのポリ（メタ）アクリレート、ヒドロキシビ  
バリン酸ネオペンチルグリコールジアクリレート、カプロラクトン変性  
ヒドロキシビバリン酸ネオペンチルグリコールジアクリレート、エチレ  
ンオキサイド変性リン酸（メタ）アクリレート、エチレンオキサイド変  
15 性アルキル化リン酸（メタ）アクリレート等があげられる。

また、N-ビニル-2-ピロリドン、アクリロイルモルホリン、ビニ  
ルイミダゾール、N-ビニルカプロラクタム、N-ビニルホルムアミド、  
酢酸ビニル、（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリルアミド、N-ヒド  
ロキシメチルアクリルアミド又はN-ヒドロキシエチルアクリルアミド  
20 及びそれらのアルキルエーテル化合物等も使用できる。

更に、重合性モノマーと同様に併用できるものとしては、重合性オリ  
ゴマーとしてポリエステル（メタ）アクリレート、ポリエーテル（メ  
タ）アクリレート、エポキシ（メタ）アクリレート、ウレタン（メタ）  
アクリレート等がある。

25 本発明において光重合開始剤は、用いる重合性モノマー及び/又は重  
合性オリゴマーに代表される紫外線硬化型化合物が硬化できる公知慣用

のものがいずれも使用できる。光重合開始剤としては、例えば 370 ~ 450 nm において、モル吸光係数が 50 ( $l/mol \cdot cm$ ) 以上を有するものと、それに属さない分子開裂型または水素引き抜き型のものが本発明に好適である。これらの併用がより好適である。

- 5      本発明に使用する光重合開始剤として、例えば 370 ~ 450 nm において、モル吸光係数が 50 ( $l/mol \cdot cm$ ) 以上を有するものとしては、ベンゾインイソブチルエーテル、2, 4-ジエチルチオキサントン、2-イソプロピルチオキサントン、2-クロロチオキサントン、ベンジル、2, 4, 6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド、
- 10    2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタノン-1、ビス(2, 6-ジメトキシベンゾイル)-2, 4, 4-トリメチルペンチルホスフィンオキシド等が挙げられ、更にこれら以外の分子開裂型のものとして、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、ベンゾイルエチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、2-
- 15    1-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン及び2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルホリノプロパノン-1-オン等を併用しても良いし、更に水素引き抜き型光重合開始剤である、ベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェ
- 20    ノン、イソフタコフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルスルフィド等も併用できる。370 ~ 450 nm において、モル吸光係数が 50 ( $l/mol \cdot cm$ ) 以上を有するものと併用する分子開裂型の光重合開始剤としては、硬化性や貼合わせディスク耐久性の点で1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンが好ましい。

- 25    また上記光重合開始剤に対し、増感剤として例えば、トリエチルアミン、メチルジエタノールアミン、トリエタノールアミン、p-ジエチル



アミノアセトフェノン、p-ジメチルアミノアセトフェノン、p-ジメチルアミノ安息香酸エチル、p-ジメチルアミノ安息香酸イソアミル、N、N-ジメチルベンジルアミン及び4、4'-ビス（ジエチルアミノ）ベンゾフェノン等の、前述重合性成分と付加重合反応を起こさないアミン類を併用することもできる。勿論、上記光重合開始剤や増感剤は、硬化型成分への溶解性に優れ、紫外線透過性を阻害しないものを選択して用いることが好ましい。

紫外線硬化型組成物としては、常温～40℃において、液状であるものを用いるのが好ましい。溶媒は用いないのが好ましく、用いたとしても極力少量に止めるのが好ましい。また、前記組成物の塗布をスピンコーターで行う場合には、粘度を20～1000 mPa・sとなる様に調製するのが好ましく、比較的厚膜とする場合は100～1000 mPa・sとなるように調製するのがよい。

また、本発明の組成物には、必要であれば、さらにその他の添加剤として、熱重合禁止剤、ヒンダードフェノール、ヒンダードアミン、ホスファイト等に代表される酸化防止剤、可塑剤及びエホキシシラン、メルカプトシラン、（メタ）アクリルシラン等に代表されるシランカップリング剤等を、各種特性を改良する目的で配合することもできる。これらは、硬化型成分への溶解性に優れたもの、紫外線透過性を阻害しないもの、そして、水溶性電解質成分を全く含まないか、極力少量しか含まないものを選択して用いる。

本発明の組成物を調製するに当たっては、上記光重合開始剤のみならず、組成物そのものの物性及び貼り合わせ硬化層の物性をDVDに適したものとなる様に化学組成を適宜選択する。

DVDの場合2枚の基板を貼合させているため、誤って落下させた場合、基板に亀裂が入ったり接着面から剥離したりすることがある。これ

を防ぐために本発明の組成物は、硬化塗膜の弾性率が30℃で1～1000MPa、好ましくは1～500MPaになるよう調製されるのが好ましい。

本発明の紫外線硬化型組成物は、硬化塗膜浸漬水の比電導度を特定範囲となる様にするだけでなく、さらに硬化塗膜の吸水率が1～7重量%を満足する様にするのが好ましい。吸水率が1重量%未満であると、高温高湿試験器からディスクを取り出した後、接着剤硬化塗膜と、該硬化塗膜に接しているディスク面との間に容易に水泡が発生し、信号層あるいは接着剤硬化皮膜に変形が生じ、記録された情報の読み取りエラーの上昇につながりやすくなる。また、この吸水率が7重量%を越えると、例えばアルミニウムに代表される金属の薄膜に、ピンホールが出来やすくなり好ましくない。

この際の硬化塗膜の吸水率は次の通りに測定できる。

まず硬化塗膜浸漬水の比電導度の測定の(1)～(3)に従って、同様に硬化塗膜を作製し、この硬化塗膜の吸水率をJISK7209-1984のB法に準拠して測定する。

こうして調整された紫外線硬化型組成物は、本発明においては、異種材質の薄膜がそれぞれ形成された、情報記録層を有する2枚の基板を貼り合わせる際に用いる。本発明では、金属または無機化合物の薄膜を含む情報記録層が積層された基板の2枚を、その薄膜側を対向させて両者が一体化する様に接着が行われる。本発明の優れた技術的効果は、この貼り合わせるべき2枚の薄膜を構成する、各々の、金属または無機化合物が、標準電極電位に電位差が生じる様な異種材質の組み合わせである場合に、特に顕著に発現する。

本発明では、貼り合わせるべき、薄膜が形成された、薄膜層を含む情報記録層を有する基板のうち、基板そのものを除いた部分全体を情報記

録層と称する。また情報記録層の最外層とは下記光反射膜及び半透明膜のことを意味する。またこの基板としては、耐熱性熱可塑性樹脂透明基板が代表的である。

これら二つの貼り合わせるべき、情報記録層が積層された耐熱性熱可塑性樹脂透明基板の各情報記録層に含まれる最外層を構成する薄膜、即ち光反射膜と半透明膜を構成する金属としては、例えばアルミニウム又はアルミニウムを主成分とした金属、金等が、無機化合物としては、例えば窒化珪素、炭化珪素あるいはケイ素等のシリコン系無機化合物が挙げられる。標準電極電位に電位差が生じる様な異種材質の組み合わせとしては、例えばアルミニウムを主成分とした金属—金（光反射膜—半透明膜）の組み合わせが挙げられるが、光反射膜としては情報読み取りのためのレーザー光の反射率が45%以上となるもの、半透明膜としては情報読み取りのためのレーザー光の反射率が18%以上となるものであれば特にその材質に制限はなく、いずれにしても標準電極電位に電位差が生じる様な異種材質の組み合わせにおいて本発明の効果が顕著に発現される。

貼り合わせるべき各々を、それぞれ透明基板側から見たとき（透明基板を最内層とした時）、情報記録層に含まれる光反射膜と半透明膜は、いずれも情報記録層全体の中で最外層となる。そしてこれら最外層のお互いを、直接接する様に本発明の紫外線硬化型組成物で硬化接着し、光反射膜と半透明膜との層間が直接当該組成物の硬化皮膜で接合される。

つまり情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の、薄膜間に、本発明の紫外線硬化型組成物を存在させ、各薄膜を対向させて両薄膜を貼り合わせた後、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して紫外線を照射して当該組成物を硬化塗膜として両基板を一体化する。

こうして得られるのが、情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の各薄膜が、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を少なくとも有する光ディスクであって、当該硬化塗膜の浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下である光ディスクである。

本発明においては、上記した様に、露出した情報記録層の最外層である薄膜同士を直接接着する様にしてもよいし、場合によっては情報記録層の最外層である薄膜を保護する保護コート層をその上に設けて、その保護コート層同士を接着する様にしてもよい。この場合、この保護コート層も、通常、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化物で形成される。その場合にこの保護コート層は、紫外線透過性とする必要がある。保護コート層用の紫外線硬化型組成物は、情報記録層の最外層露出面と、本発明の紫外線硬化型組成物の硬化物との両方に対し接着性に優れる様に調製するのが好ましい。情報記録層の最外層に保護コート層を設けた基板を貼合わせた場合であっても、高温高湿環境下では保護コート層も吸水状態となるため、接着剤硬化塗膜中の水溶性電解質成分はこの保護コート層を透過できる。従って、本発明の組成物が直接情報記録層の最外層に接していなくても本発明の組成物を使用する効果が発現し、耐久性に優れたDVD-9が得られる。

上記保護コート層を設けた光ディスクは、情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の、少なくとも一方または両方の薄膜上に、本発明の紫外線硬化型組成物を存在させ、紫外線を照射して、紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を設け、次いで、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む、本発明のものである本発明のものでなくともよい紫外線硬化型組成物を、一方の基板の保護コート層上ともう一方の基板の薄膜上との間に存在させるか、両方の基板の各保

護コート層との間に存在させるかして対向させて貼り合わせた後、少なくとも、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して紫外線を照射して当該組成物を硬化塗膜として両基板を一体化することにより得られる。

上記保護コート層を設けた光ディスクは次の2つの層構成の場合があり得る。

(1) 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の、一方の薄膜上に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を有し、一方の基板の保護コート層ともう一方の基板の薄膜とが、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を少なくとも有する光ディスクであって、当該保護コート層の硬化塗膜の浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下であることを特徴とする光ディスク。

15

(2) 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の、両方の薄膜上に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を有し、両方の基板の各保護コート層とが、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を少なくとも有する光ディスクであって、当該保護コート層の硬化塗膜の浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下であることを特徴とする光ディスク。

この場合、保護コート層と薄膜、または保護コート層と保護コート層の貼り合わせにも、上記した本発明の組成物を用いるのが好ましい。

尚、本発明の技術的効果は、上記した層構成のDVD-9のみならず、それらを2枚貼り合わせた層構成に相当するDVD-17でも発現する。

情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の各薄膜が、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化  
5 型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を有する少なくとも有する光ディスクとしては、保護コート層の有無にかかわらず、異種材質の薄膜が一組の場合（薄膜は2枚）と、異種材質の薄膜が二組の場合（薄膜は4枚）とがある。異種材質の薄膜が一組の場合の光ディスクが、DVD-9に当たる。

10 この異種材質の薄膜が二組の場合の光ディスクはDVD-17に当たる。異種材質の薄膜が二組の場合の光ディスクは、異種材質の薄膜が一組の光ディスクの2枚を各ディスクの紫外線透過率のより高い薄膜がいずれも外側となる様に各基板を接着することで得られる。

また、本発明の組成物は書き換え可能型のDVD-RAMや書き込み  
15 可能型のDVD-Rに用いることも出来る。

耐熱性熱可塑性透明樹脂基板としては、例えばポリカーボネート、ポリメチルメタアクリレート、アモルファスポリオレフィン等を用いることが出来る。

本発明では、情報記録層が積層された耐熱性熱可塑性樹脂透明基板の  
20 2枚を、その薄膜側を対向させて両者が一体化する様に接着が行われるが、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して、薄膜間に存在する本発明組成物に向けて紫外線を照射して、それを硬化させる。この紫外線照射は、いずれか薄膜の一方側のみしか紫外線照射しない場合には、紫外線透過率のより高い薄膜側から行うのが好ましい。

25 尚、上記した（1）～（2）の様な保護コート層を有する光ディスクは、情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の

基板の、少なくとも一方または両方の薄膜上に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む、紫外線透過性の硬化塗膜浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下となる様にした紫外線硬化型組成物を存在させ、紫外線を照射して、紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を設け、  
5 次いで、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物を、一方の基板の保護コート層上ともう一方の基板の薄膜上との間に存在させるか、両方の基板の各保護コート層との間に存在させるかして対向させて貼り合わせた後、少なくとも、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して紫外線を照射して当該組成物を硬化塗膜として両基板を  
10 一体化することにより得られる。

本発明組成物を紫外線硬化させるに当たっては、公知慣用の方式である連続光照射方式として、例えばメタルハライドランプ、高圧水銀灯、等が使用できる。

しかし、従来の連続光照射方式に比べて少量のエネルギー量で、紫外線  
15 硬化型組成物が十分に硬化する点と、同一化学組成の組成物を用いても、硬化塗膜浸漬水の比電導度をより小さくできる点で、閃光照射方式がより好ましい（本発明では、閃光紫外線照射方式と称する。）。

本発明の紫外線の閃光照射は、一回の閃光がマイクロ秒～ミリ秒オーダーの極めて短い時間で終了する様にする。一枚の貼り合わせディスク  
20 を作るには、閃光 1 回又は繰り返し、好ましくは閃光照射を 3～15 回行う。

閃光紫外線照射方式には、公知慣用の紫外線光源、例えばメタルハライドランプ、高圧水銀灯、キセノンランプ、キセノン－水銀ランプ等が使用できるが、本発明で行う閃光の繰り返し発光に耐えうる耐久性に優  
25 れたものとしては、キセノン系ランプが挙げられる。

上記紫外線光源はそのまま用いたのでは、放出される紫外線は連続光

となる（連続光照射方式となる）ので、それを閃光照射するための放電機構とを組み合わせ、発光装置として、閃光紫外線照射を可能なものとする。この閃光放電機構としては、例えば電荷を蓄積するためのコンデンサ、放電時の電流波形を制御するためのコイル及び前記光源と電極とを直列に接続した回路を用いることができる。

この紫外線光源と閃光放電機構とを組み合わせ、本発明の組成物に閃光紫外線照射を行うと、上記した様な連続光照射方式でそれを硬化接着するのに要するのに比べて、より少ない消費電力でかつより短い照射時間で、反りを極めて僅かに抑え、情報記録層に損失を与えることなく、硬化接着を行うことができる。

尚、閃光紫外線照射を行うに当たっては、上記基板と紫外線光源との間に赤外線遮断フィルターを設けて、赤外線を遮断する様にして、各薄膜間の未硬化状態の本組成物を硬化接着させるのが、より反りの小さい完成品DVDディスクを得るに当たっては好ましい。

DVD以外には、従来、例えばポリカーボネート／窒化珪素／TbFeCo（記録膜）／窒化珪素／アルミニウム反射膜／紫外線硬化型樹脂皮膜の保護層、という様な積層構成の記録膜がひとつの片面記録用光磁気ディスク（MO）や、ポリカーボネート／窒化珪素／TbFeCo（記録膜）／窒化珪素／アルミニウム反射膜／紫外線硬化型接着剤／アルミニウム反射膜／窒化珪素／TbFeCo（記録膜）／窒化珪素／ポリカーボネート、という様な積層構成の記録膜が二つの両面記録用光磁気ディスクがあった。

しかしながら、前者は、異なる金属または無機化合物の層間に、紫外線硬化樹脂が存在せず、後者にしても紫外線硬化型接着剤が同一の金属（アルミニウム）に接して挟まれて存在しているので、いずれにしても、標準電極電位に電位差が生じる余地がない。



従って本発明の効果は、従来の片面記録MOの光反射膜用紫外線硬化型保護コーティング剤や両面記録MO用光反射膜用紫外線硬化型接着剤をDVD-9に転用することからは予想できない格別顕著なものである。

尚、本発明の効果は、異種材質間に直接接して存在する層の浸漬水比電導度が特定範囲であれば、その層が、ホットメルト接着剤に基づくものであっても、紫外線硬化型組成物の硬化物（硬化皮膜）に基づくものであっても期待できるが、貼り合わせ時や貼り合わせ後に熱履歴があっても、小さい反りが要求されるDVD固有の要求特性と共に、単位時間当たり貼り合わせ生産性をより高めることが出来る点で、紫外線硬化型組成物を接着剤とする本発明がより優れた効果を有していることは明らかである。

#### 発明の実施形態

次に本発明の実施形態を好ましい態様に基づいて説明する。

まず記録情報に対応するビットと称する凹凸の上に40～60nmの金属薄膜が積層された円盤状プラスチック基板1枚と、記録情報に対応するビットと称する凹凸の上に10～30nmの金の半透明膜が積層され円盤状プラスチック基板1枚を準備する。

次いで、重合性モノマーまたは重合性オリゴマーとして2以上の（メタ）アクリロイル基を有する多官能（メタ）アクリレートを用いて、必要に応じて単官能モノマーを用いて、光重合開始剤として370nm以上の領域に吸収波長を有し、かつ波長領域370nmから450nmにおいて、モル吸光係数が50（ $l/mol \cdot cm$ ）以上となる点を有する光重合開始剤及び、それに属さない分子開裂型または水素引き抜き型のものを液状の紫外線硬化型組成物100重量部当たり計2～7重量部

使用して、硬化塗膜浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下となるように、かつ硬化塗膜の吸水率が  $1 \sim 7$  重量%となる様に、紫外線硬化型組成物を調製する。

前記組成物を前記  $40 \sim 60 nm$  の金属薄膜が積層された円盤状プラスチック基板の金属薄膜面に塗布し、 $10 \sim 30 nm$  の金の半透明膜が積層された円盤状プラスチック基板を、半透明膜面が前記組成物を塗布した金属薄膜面と対向するよう貼り合わせ、この貼り合わせたディスクの片面または両面から紫外線を照射して、両者を接着させDVD-9とする。

10

## 実施例

次に実施例を挙げて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、以下実施例中「部」は「重量部」

を表す。

15

### 実施例 1

ホリテトラメチレングリコール（分子量 850）1 モルとイソホロンジイソシアネート 2 モル反応後ヒドロキシエチルアクリレート 2 モルを反応させて得たウレタンアクリレート 26 部、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレート 24 部、ビスフェノール A 型エポキシアクリレートとしてユニディック V-5500（大日本インキ化学工業（株）製）17 部、エチルカルビトールアクリレート 20 部、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリアクリレート 1.5 部、エチレンオキサイド変性リン酸メタクリレート 0.2 部、ジメチルアミノ安息香酸エチル 0.3 部、2-ヒドロキシプロピルアクリレート 5 部、

25

光重合開始剤として 2, 4, 6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド 2 部及び 1-ヒドロキシシクロフェニルケトン 4 部を 60℃で 1 時間混合溶解し、淡黄色透明の紫外線硬化型組成物を調製した。この組成物を用いて下記試験方法 1、2 及び 3 により DVD-9 貼り合わせディスク耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び硬化塗膜の吸水率を評価した。結果は第 1 表に示した。

## 実施例 2

ポリテトラメチレングリコール（分子量 850）1 モルとイソホロンジイソシアネート 2 モル反応後ヒドロキシエチルアクリレート 2 モルを反応させて得たウレタンアクリレート 1.5 部、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレート 2.2 部、ビスフェノール A 型エポキシアクリレートとしてユニディック V-5500（大日本インキ化学工業（株）製）2.0 部、トリメチロールプロパントリアクリレート 1.2 部、トリプロピレングリコールジアクリレート 5 部、テトラヒドロフルフリルアクリレート 1.7 部、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリアクリレート 1.5 部、エチレンオキサイド変性リン酸メタクリレート 0.2 部、ジメチルアミノ安息香酸エチル 0.3 部、2-ヒドロキシプロピルアクリレート 2 部、光重合開始剤として 2, 4, 6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド 2 部及び 1-ヒドロキシシクロフェニルケトン 4 部を 60℃で 1 時間混合溶解し、淡黄色透明の紫外線硬化型組成物を調製した。この組成物を用いて下記試験方法 1、2 及び 3 により DVD-9 貼り合わせディスク耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び硬化塗膜の吸水率を評価した。結果は第 1 表に示した。

## 比較例 1

ポリテトラメチレングリコール（分子量 850）1 モルとイソホロンジイソシアネート 2 モル反応後ヒドロキシエチルアクリレート 2 モルを反応させて得たウレタンアクリレート 22 部、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレート 23 部、ビスフェノール A 型エポキシアクリレートとしてディックライト UE-8200（大日本インキ化学工業（株）製）20 部、エチルカルビトールアクリレート 23 部、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリアクリレート 4.5 部、エチレンオキサイド変性リン酸メタクリレート 0.2 部、ジメチルアミノ安息香酸エチル 0.3 部、ヒドロキシエチルメタクリレート 1 部、光重合開始剤として 2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド 2 部及びベンジルジメチルケタール 4 部を 60℃で 1 時間混合溶解し、淡黄色透明の紫外線硬化型組成物を調製した。この組成物を用いて下記試験方法 1、2 及びにより DVD-9 貼り合わせディスク

5

10

15

耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び、硬化塗膜の吸水率及びを評価した。結果は第 1 表に示した。

## &lt;試験方法 1：DVD-9 貼り合わせディスク耐久試験&gt;

記録情報のビットが形成され、アルミニウムが 50 nm 積層されたポリカーボネート円板に上記組成物をディスペンサで塗布し、半透明膜として金が 15 nm 積層されたポリカーボネート円板を重ね合わせた。次いでスピンコーターで硬化塗膜の膜厚が約 50～60 μm になるよう、1500 rpm で 5～6 秒間回転した。次いで、ランプ高さ 10 cm に調整した 120 W/cm メタルハライドランプ（アイグラフィックス株式会社 MO3-L31、コールドミラー付き）を設置したベルトコンベア式紫外線照射装置を用い、金半透明膜付き基板側から空気中で 1000 mJ

20

25

/cm<sup>2</sup>照射しDVD-9タイプ貼り合わせディスクを作製した。この時、金半透明膜付き基板を透過して接着剤に照射された照射量は500mJ/cm<sup>2</sup>であった。尚、紫外線光量計はアイグラフィックス株式会社製UVメーター（UVPF-36）を用いた。

- 5 この貼り合わせディスクを用いて80℃95%RHの高温高湿環境下に96時間及び300時間放置する耐久試験を実施し、耐久試験前後における信号特性の評価を行った。試験前後でのエラーレートの比率（耐久試験後/耐久試験前）で耐久性を比較し結果を第1表に示した。エラーレートの変化がなければこの値は1となり、数値が大きくなるほどこの貼り合わせディスクの耐久性が良くない事を意味する。
- 10

#### <試験方法2：硬化塗膜浸漬水の比電導度測定>

- 前述した手順で比電導度を測定した。尚、レファレンスとしてホリピンに純水のみを入れたものを用意し、初期及び試験後に測定した結果、
- 15 初期値1.4μS/cm、試験後1.6μS/cmで容器からの影響は認められなかった。

#### <試験方法3：硬化塗膜の吸水率測定>

- ガラス板上に膜厚が約100μmになるよう紫外線硬化型組成物を塗布する、
- 20 次いで窒素雰囲気下、窒素雰囲気下、UVランプとしてアイグラフィックス株式会社製MIO3-L31（120W/cm<sup>2</sup>メタルハライドランプ、コールドミラー付き）を用い、ランプ高さ10cmにて500mJ/cm<sup>2</sup>照射し（紫外線光量計：アイグラフィックス社製UVPF-36）硬化塗膜を作製する。この硬化塗膜の吸水率をJISK7209-1984のB法に準拠して測定する。
- 25

### 実施例 3

実施例 1 と同一の組成物を用いて下記試験方法 4、5 及び 6 により DVD-9 貼り合わせディスク耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び硬化塗膜の吸水率を評価した。結果は第 1 表に示した。

### 実施例 4

実施例 2 と同一の組成物を用いて下記試験方法 4、5 及び 6 により DVD-9 貼り合わせディスク耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び硬化塗膜の吸水率を評価した。結果は第 1 表に示した。

### 比較例 2

比較例 1 と同一の組成物を用いて下記試験方法 4、5 及び 6 により DVD-9 貼り合わせディスク耐久性、硬化塗膜浸漬水の比電導度及び硬化塗膜の吸水率を評価した。結果は第 1 表に示した。

#### <試験方法 4 : DVD-9 貼り合わせディスク耐久試験>

記録情報のビットが形成され、アルミニウムが 50 nm 積層されたポリカーボネート円板に上記組成物をディスペンサで塗布し、半透明膜として金が 15 nm 積層されたポリカーボネート円板を重ね合わせた。次いでスピンドーターで硬化塗膜の膜厚が約 50 ~ 60  $\mu$ m になるよう、1500 rpm で 5 ~ 6 秒間回転した。次いで、ランプ 4 本を備えた閃光照射装置を用い、ランプ 1 本の 1 ショットあたりの入力エネルギーが 200 J となるように調整し、金半透明膜付き基板側から空気中で周波数 2 Hz で 10 ショット紫外線を照射し DVD-9 タイプ貼り合わせディスクを作製した。スペクトロラジオメーター（ウシオ電機株式会社製

USR-20A)を用いて閃光照射光の発光スペクトルを測定し、300nm～390nmにわたって積分することにより紫外線強度及び照射量を求めた結果、1ショットあたりの紫外線強度は $19\text{ W/cm}^2$ であり、紫外線照射量は $12\text{ mJ/cm}^2$ であり、10ショット合計で $120\text{ mJ/cm}^2$ であった。

この貼り合わせディスクを用いて $80^\circ\text{C}$  95%RHの高温高湿環境下に96時間及び300時間放置する耐久試験を実施し、耐久試験前後における信号特性の評価を行った。試験前後でのエラーレートの比率（耐久試験後/耐久試験前）で耐久性を比較し結果を第1表に示した。エラーレートの変化がなければこの値は1となり、数値が大きくなるほどこの貼り合わせディスクの耐久性が良くない事を意味する。

#### <試験方法5：硬化塗膜浸漬水の比電導度測定>

前述した手順で比電導度を測定した。尚、レファレンスとしてポリビンに純水のみを入れたものを用意し、初期及び試験後に測定した結果、初期値 $1.4\mu\text{ S/cm}$ 、試験後 $1.6\mu\text{ S/cm}$ で容器からの影響は認められなかった。

#### <試験方法6：硬化塗膜の吸水率測定>

ガラス板上に膜厚が約 $100\mu\text{ m}$ になるよう紫外線硬化型組成物を塗布する。

次いで窒素雰囲気下、ランプ4本を備えた閃光照射装置を用い、ランプ1本の1ショットあたりの入力エネルギーが $200\text{ J}$ となるように調整し、周波数 $2\text{ Hz}$ で10ショット紫外線を照射して硬化塗膜を作製する。この硬化塗膜の吸水率をJISK7209-1984のB法に準拠して測定する。

第 1 表

	実施例 1 連続光	実施例 2 連続光	実施例 3 閃光	実施例 4 閃光	比較例 1 連続光	比較例 2 閃光
硬化塗膜浸漬水の 比電導度 ( $\mu S/cm$ )	7 9	6 2	4 6	3 5	1 6 3	1 1 5
硬化塗膜の吸水率 (重量%)	1 . 8	1 . . 5	1 . . 9	2 . . 0	1 . . 6	1 . . 6
DVD-9耐久性 (エラーレート上昇率)						
80°C 95%RH 96H	9	4	5	3	2 0 0	1 9 0
300H	2 5	2 0	9	5	測定不可	測定不可

硬化塗膜浸漬水の比電導度の測定は、ガラス板上に本発明の組成物の  
5 硬化物からなる硬化塗膜を形成しそれを用いて測定した結果を表示した  
が、この結果は、実際に貼り合わせを行った光ディスクから異種材質間  
の硬化塗膜を剥離して同様にに行った比電導度の測定値と同等であった。

硬化塗膜浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下である実施例 1 から実  
施例 4 の組成物は、金の半透明膜を用いた DVD-9 タイプの貼り合わ  
10 せディスクでの耐久性試験の結果、信号特性はいずれもほとんど変化せ  
ず優れた耐久性を示した (96 時間の場合)。さらに  $50 \mu S/cm$  以下で  
ある実施例 3 と実施例 4 は 300 時間においても信号特性がほとんど変  
化しなかった。

本発明の組成物を用いた DVD-9 では、80°C 95%RH 96H の



高温高湿試験後室温放置の際、硬化塗膜とディスク面との間に水泡が発生することもなく、プレーヤーによる再生不良は発生しなかった。

#### 産業上の利用可能性

5

本発明の組成物は、硬化塗膜に含まれる水溶性電解質成分が、ゼロか極少量であり、結果的に硬化塗膜浸漬水の比電導度が従来に比べて小さいので、それを使用する事により、高温高湿の環境試験後においても貼り合わせディスクの耐久性が優れ、極めて信頼性の高いDVD-9を生

10

産することが出来る。

## 請 求 の 範 囲

1. 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の各薄膜を貼り合わせる際に用いる、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む光ディスク用紫外線硬化型組成物であって、硬化塗膜浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となる様にしたことを特徴とする光ディスク用紫外線硬化型組成物。
2. 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の少なくとも一方の薄膜を保護する保護コートに用いる、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む光ディスク用紫外線硬化型組成物であって、硬化塗膜浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となる様にしたことを特徴とする光ディスク用紫外線硬化型組成物。
3. 硬化塗膜の吸水率を、1～7重量%となる様にした請求項1記載の組成物。
4. 紫外線硬化性化合物として、2以上の（メタ）アクリロイル基を有する多官能（メタ）アクリレートを用いる請求項1または3記載の組成物。
5. 光重合開始剤として1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンを用いる請求項4記載の組成物。
6. 硬化塗膜浸漬水の比電導度が $50\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となる様にした請求項1、3、4または5記載の組成物

7. 異種材質の組み合わせが、アルミニウムを主成分とした金属と、金との組み合わせである請求項 1、3、4、5 または 6 記載の組成物。
- 5 8. 異種材質の組み合わせが、アルミニウムを主成分とした金属と、シリコン系無機化合物との組み合わせである請求項 1、3、4、5 または 6 記載の組成物。
9. 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された 2 枚  
10 の基板の各薄膜が、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を少なくとも有する光ディスクであって、当該硬化塗膜の浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下であることを特徴とする光ディスク。
- 15 10. 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された 2 枚の基板の、少なくとも一方または両方の薄膜上に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を有し、一方の基板の保護コート層ともう一方の基板の薄膜とが、または、両方の基板の各保護コート層とが、紫外線  
20 硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物の硬化塗膜を介して貼り合わせられた構造を少なくとも有する光ディスクであって、当該保護コート層の硬化塗膜の浸漬水の比電導度が  $100 \mu S/cm$  以下であることを特徴とする光ディスク。
- 25 11. 硬化塗膜の吸水率が、1～7 重量%である請求項 9 記載の光ディスク。

1 2. 硬化塗膜が、2以上の（メタ）アクリロイル基を有する多官能（メタ）アクリレートの硬化物を含んだ硬化塗膜である請求項9または1 1記載の光ディスク。

5

1 3. 硬化塗膜浸漬水の比電導度が $50\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下である請求項9、1 1または1 2記載の光ディスク。

1 4. 異種材質の組み合わせが、アルミニウムを主成分とした金属と、  
10 金との組み合わせである請求項9、1 1、1 2または1 3記載の光ディスク。

1 5. 異種材質の組み合わせが、アルミニウムを主成分とした金属と、シリコン系無機化合物との組み合わせである請求項9、1 1、1 2または1 3記載の光ディスク。  
15

1 6. 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された2枚の基板の、薄膜間に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む、硬化塗膜浸漬水の比電導度が $100\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下となる様にした紫外線硬化型組成物を存在させ、各薄膜を対向させて両薄膜を貼り合わせた後、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して紫外線を照射して当該組成物を硬化塗膜として両基板を一体化する光ディスクの製造方法。  
20

1 7. 紫外線硬化性化合物として、2以上の（メタ）アクリロイル基を有する多官能（メタ）アクリレートを用いる請求項1 6記載の製造方法。  
25

1 8 . 紫外線照射を連続光照射で行う請求項 1 6 または 1 7 記載の製造方法。

5 1 9 . 紫外線照射を閃光照射で行う請求項 1 6 または 1 7 記載の製造方法。

2 0 . 情報記録層の最外層にそれぞれ異種材質の薄膜が形成された 2 枚の基板の、少なくとも一方または両方の薄膜上に、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む、紫外線透過性の硬化塗膜浸漬水の比電導度が  $100 \mu S / c m$  以下となる様にした紫外線硬化型組成物を存在させ、  
10 紫外線を照射して、紫外線透過性の硬化塗膜からなる保護コート層を設け、次いで、紫外線硬化性化合物と光重合開始剤とを含む紫外線硬化型組成物を、一方の基板の保護コート層上ともう一方の基板の薄膜上との  
15 間に存在させるか、両方の基板の各保護コート層との間に存在させるかして対向させて貼り合わせた後、少なくとも、いずれか一方の薄膜又は両方の薄膜を介して紫外線を照射して当該組成物を硬化塗膜として両基板を一体化する光ディスクの製造方法。

20 2 1 . さらに、請求項 1 6 または 2 0 で製造された光ディスクの 2 枚を各ディスクの紫外線透過率のより高い薄膜がいずれも外側となる様に各基板を接着する光ディスクの製造方法。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/02757

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>6</sup> C09J9/00, C09J201/00, C09J4/00, G11B7/24, G11B7/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> C09J9/00, C09J201/00, C09J4/00, G11B7/24, G11B7/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 9-249734, A (Sony Chemicals Corp.), 22 September, 1997 (22. 09. 97) (Family: none)	1-3, 6-9, 11, 13-16, 18, 19
X	JP, 10-120982, A (Dainippon Ink & Chemicals, Inc.), 12 May, 1998 (12. 05. 98) & WO, 97/33932, A1 & EP, 827974, A1	1-21
X	JP, 9-7228, A (Three Bond Co., Ltd.), 10 January, 1997 (10. 01. 97) (Family: none)	1-3, 6-9, 11, 13-16, 18, 19

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
28 July, 1999 (28. 07. 99)

Date of mailing of the international search report  
10 August, 1999 (10. 08. 99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl<sup>6</sup> C09J9/00, C09J201/00, C09J4/00, G11B7/24, G11B7/26

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl<sup>6</sup> C09J9/00, C09J201/00, C09J4/00, G11B7/24, G11B7/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P, 9-249734, A (ソニーケミカル株式会社) 22. 9月. 1997 (22. 09. 97) (ファミリーなし)	1-3, 6-9, 11, 13-16, 18, 19
X	J P, 10-120982, A (大日本インキ化学工業株式会社) 12. 5月. 1998 (12. 05. 98) & WO, 97/33932, A1 & EP, 827974, A1	1-21
X	J P, 9-7228, A (株式会社スリーボンド) 10. 1月. 1997 (10. 01. 97) (ファミリーなし)	1-3, 6-9, 11, 13-16, 18, 19

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「I」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28. 07. 99

国際調査報告の発送日

10.08.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

渡辺 陽子

印

4 V

9279

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**